

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representation of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

## **IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY**

As rescanning documents *will not* correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) **公開特許公報 (A)**

(11)特許出願公開番号

**特開平10-67554**

(43)公開日 平成10年(1998)3月10日

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>

C 0 4 B 35/00

識別記号

府内整理番号

F I

C 0 4 B 35/00

技術表示箇所

H

審査請求 未請求 請求項の数2 O L (全 7 頁)

(21)出願番号 **特願平8-227041**

(22)出願日 平成8年(1996)8月28日

(71)出願人 000006633

京セラ株式会社

京都府京都市山科区東野北井ノ上町5番地  
の22

(72)発明者 伊東 裕見子

鹿児島県国分市山下町1番4号 京セラ株  
式会社総合研究所内

(72)発明者 会田 比呂史

鹿児島県国分市山下町1番4号 京セラ株  
式会社総合研究所内

(54)【発明の名称】 耐食性セラミック部材

(57)【要約】

【課題】アルミナ、AlNの焼結体は、耐食性部材としてあらゆる形状品に適用できるが、高温でプラズマと接すると腐食が徐々に進行して、しまいには焼結体の表面からアルミナやAlNの結晶粒子の脱粒が生じ、パーティクル発生の原因になるという問題があった。

【解決手段】ハロゲン系腐食ガス或いはそのプラズマに曝される部位を、周期律表第2a、3a、3b族元素のうちの少なくとも1種を含む化合物からなる主結晶相と、周期律表第2a、3a族、Cr、CoおよびNiのうちの少なくとも1種を主体とする化合物からなる粒界相を具備するセラミック焼結体により構成しする。

ATTORNEY-CLIENT PRIVILEGED COMMUNICATION

Tom,

Here is one of several data summaries from Japanes patent applications.

(21)Application number: 08227041

(71)Applicant:

KYOCERA CORP

(22)Date of filing: 28.08.1996

(72)Inventor:

ITOU YUMIKO  
AIDA HIROSHI

---

**(54) ANTICORROSION CERAMIC MEMBER**

**(57)Abstract:**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide an anticorrosive ceramic member suitable for a plasma device by forming ceramic sintered products having main crystal phases containing specific elements such as MgO and grain boundary phases containing the specific elements, Cr, etc., at sites exposed on corrosive halogenic gases or plasma.

**SOLUTION:** This anticorrosive ceramic member used for the inner wall or tool of a plasma treating device, a radiation tube, etc., is produced by using ceramic sintered products having (A) main crystal phases comprising a compound containing one or more kinds of the groups 2a, 3a and 3b elements in the periodic table and (B) grain boundary phases consisting mainly of the groups 2a and 3a elements e.g. Ca, Co and Ni in the periodic table at sites exposed on corrosive halogenic gases or plasma. The component A concretely comprises a spinel sintered product such as MgO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sintered product or MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, a YAG type sintered product such as Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub>, etc. The component B comprises the same or better anticorrosive substance as or than the component A. In an embodiment, MgO is added to the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> system of the component A to produce MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> in the component B.

Etch conditions: 10Pa pressure, 1kW at 13.56MHz, 3 hour exposure. Etch rate determined from wieght change.  
Gases CF<sub>4</sub>/O<sub>2</sub> (90:10) , SF<sub>6</sub>, HCl. Room temperature etch.

Material	sintering aid	Forming Temp.	Grain boundary phase	Appearance	Etch rate	Rating	
試料 No.	主成分 主結晶相	添加助剤 (重量%)	焼成温度 (°C)	粒界相	表面状態	イットングレート (Å/min)	評価
* 1	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	—	1700	—	粒界腐食	60	×
* 2	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub> 3	1600	SiO <sub>2</sub> · Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	脱粒	91	×
3	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO 3	1600	MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	やや曇る	53	○
4	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO 3	1600	CaAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	やや曇る	47	◎
* 5	MgO	—	1600	—	粒界腐食	11	×
* 6	MgO	TiO <sub>2</sub> 2	1600	TiO <sub>2</sub> · MgO	脱粒	17	×
7	MgO	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 2	1600	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> · MgO	変化なし	8	◎
8	MgO	CaO 2	1600	CaO · MgO	変化なし	7	◎
9	MgO	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 2	1600	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> · MgO	変化なし	8	◎
10	MgO	NiO 2	1600	NiO · MgO	変化なし	9	◎
11	MgO	CoO 2	1600	CaO · MgO	変化なし	8	◎
* 12	2MgO · SiO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub> 2	1300	SiO <sub>2</sub> · MgO	脱粒	46	×
13	2MgO · SiO <sub>2</sub>	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 2	1300	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> · MgO	やや曇る	32	○
* 14	MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	—	1600	—	粒界腐食	20	×
* 15	MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 2	1600	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	脱粒	38	×
16	MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	CeO <sub>2</sub> 2	1600	CeO <sub>2</sub>	やや曇る	16	○
17	MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	CaO 2	1600	CaAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	やや曇る	15	○
18	MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	NiO 2	1600	NiAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	やや曇る	18	○
* 19	Y <sub>3</sub> Al <sub>5</sub> O <sub>12</sub>	—	1800	—	やや曇る	10	○
* 20	Y <sub>3</sub> Al <sub>5</sub> O <sub>12</sub>	SiO <sub>2</sub> 1	1800	SiO <sub>2</sub>	脱粒	21	×
21	Y <sub>3</sub> Al <sub>5</sub> O <sub>12</sub>	CaO 1	1800	CaO	変化なし	7	◎
22	Y <sub>3</sub> Al <sub>5</sub> O <sub>12</sub>	NiO 1	1800	NiAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	やや曇る	12	○
23	Y <sub>3</sub> Al <sub>5</sub> O <sub>12</sub>	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 1	1800	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> · Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	やや曇る	13	○
* 24	AlN	SiO <sub>2</sub> 1	1850	SiO <sub>2</sub> · Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	曇る	51	△
25	AlN	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 1	1850	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> · Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	やや曇る	40	○

\*印は本発明の範囲外の試料を示す。

Table 1. SF6 etch

Material	???????	Forming Temp.	Grain boundary phase	Appearance	Etch rate	Rating	
試料 No.	主成分 主結晶相	添加助剤 (重量%)	焼成温度 (℃)	粒界相	表面状態	エッチングレート (Å/min)	評価
*26	MgO	—	1600	—	粒界腐食	9	×
*27	MgO	TiO <sub>2</sub>	2	TiO <sub>2</sub> · MgO	脱粒	11	×
28	MgO	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> · MgO	変化なし	5	◎
*29	2MgO · SiO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub>	1	SiO <sub>2</sub> · MgO	脱粒	61	×
30	2MgO · SiO <sub>2</sub>	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> · MgO	やや曇る	25	○
31	2MgO · SiO <sub>2</sub>	CaO	1	CaO MgO · SiO <sub>2</sub> やや曇る	やや曇る	22	○
*32	NiAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	SiO <sub>2</sub>	2	SiO <sub>2</sub>	脱粒	39	×
33	NiAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	MgO	2	MgO	やや曇る	24	○
*34	MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	—	1600	—	脱粒	38	×
*35	MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	脱粒	41	×
36	MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	CeO <sub>2</sub>	2	CeO <sub>2</sub>	変化なし	26	◎
37	MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	NiO	2	NiAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	変化なし	20	◎
*38	Y <sub>3</sub> Al <sub>5</sub> O <sub>12</sub>	SiO <sub>2</sub>	1	SiO <sub>2</sub>	脱粒	35	×
39	Y <sub>3</sub> Al <sub>5</sub> O <sub>12</sub>	CaO	1	CaO	変化なし	22	◎
*40	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	3	SiO <sub>2</sub> · Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	脱粒	150	×
41	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	NiO	3	NiAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	やや曇る	67	○

\*印は本発明の範囲外の試料を示す。

Table 2. HCl etch

試料 No.	主成分 主結晶相	添加助剤 (重量%)	焼成温度 (°C)	粒界相	表面状態	エッティングレート (Å/min)	評価
*42	MgO	—	1600	—	粒界腐食	15	×
*43	MgO	TiO <sub>2</sub>	2	TiO <sub>2</sub> · MgO	脱粒	21	×
44	MgO	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> · MgO	変化なし	8	◎
45	MgO	NiO	2	NiO · MgO	変化なし	7	◎
46	MgO	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> · MgO	変化なし	7	◎
*47	2MgO · SiO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub>	1	SiO <sub>2</sub> · MgO	脱粒	51	×
48	2MgO · SiO <sub>2</sub>	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> · MgO	やや曇る	26	○
*49	NiAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	SiO <sub>2</sub>	2	SiO <sub>2</sub>	脱粒	38	×
50	NiAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	MgO	2	MgO	やや曇る	21	○
*51	MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	—	1600	—	粒界腐食	29	×
*52	MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	脱粒	47	×
53	MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	CeO <sub>2</sub>	2	CeO <sub>2</sub>	やや曇る	23	○
*54	Y <sub>3</sub> Al <sub>5</sub> O <sub>12</sub>	SiO <sub>2</sub>	1	SiO <sub>2</sub>	脱粒	41	×
55	Y <sub>3</sub> Al <sub>5</sub> O <sub>12</sub>	CaO	1	CaO	変化なし	19	◎
56	Y <sub>3</sub> Al <sub>5</sub> O <sub>12</sub>	NiO	1	NiAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	変化なし	17	◎
57	Y <sub>3</sub> Al <sub>5</sub> O <sub>12</sub>	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> · Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	変化なし	16	◎

\*印は本発明の範囲外の試料を示す。

Table 3: HBr etch

試料 No.	Material 主成分 主結晶相	?????? 添加助剤 (重量%)	Forming Temp. (°C)	Grain boundary phase	Appearance	Etch rate (Å/min)	Rating
*58	MgO	—	1600	—	粒界腐食	16	×
*59	MgO	TiO <sub>2</sub>	2	TiO <sub>2</sub> · MgO	脱粒	19	×
60	MgO	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> · MgO	変化なし	11	◎
61	MgO	NiO	2	NiO · MgO	変化なし	13	◎
*62	2MgO · SiO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub>	1	SiO <sub>2</sub> · MgO	脱粒	73	×
63	2MgO · SiO <sub>2</sub>	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> · MgO	やや曇る	44	○
*64	NiAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	SiO <sub>2</sub>	2	SiO <sub>2</sub>	脱粒	48	×
65	NiAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	MgO	2	MgO	やや曇る	24	○
*66	MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	—	1600	—	粒界腐食	39	×
*67	MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	脱粒	51	×
68	MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	CeO <sub>2</sub>	2	CeO <sub>2</sub>	やや曇る	33	○
69	MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	CaO	2	NiAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	やや曇る	38	○

\*印は本発明の範囲外の試料を示す。

Table 4. HI test data